

Helsinki 26.02.99



X3

E T U O I K E U S T O D I S T U S  
P R I O R I T Y D O C U M E N T



Hakija  
Applicant

AHLSTROM MACHINERY OY  
Helsinki

Patentihakemus nro  
Patent application no

980519

Tekemispäivä  
Filing date

06.03.98

Kansainvälinen luokka  
International class

D 21C

Keksinnön nimitys  
Title of invention

"Menetelmä massan käsittelymiseksi"

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja  
jäljennöksiä patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan  
annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä  
ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies  
of the description, claims, abstract and drawings originally  
filed with the Finnish Patent Office.

*Pirjo Kalla*  
Pirjo Kalla  
Tutkimussihteeri

Maksu 245,- mk  
Fee 245,- FIM

Osoite: Arkadiankatu 6 A  
Address: P.O.Box 1160  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

Puhelin: 09 6939 500  
Telephone: + 358 9 6939 500

Telefax: 09 6939 5204  
Telefax: + 358 9 6939 5204

1

MENETELMÄ MASSAN KÄSITTELEMISEKSI -  
FÖRFARANDE FÖR BEHANDLING AV MASSA

5 Esillä olevan keksinnön kohteena on menetelmä massan käsittelyksi kemiallisen massan alkalisen valmistusprosessin yhteydessä, jossa massa käsitellään klooridioksidivaiheessa, johon kuuluu happokäsittely yli 80 °C:ssa. Erityisesti keksinnön kohteena on menetelmä massan valkaisemiseksi klooridicksidia hyväksikäytävällä sekvenssillä mahdollisimman ympäristöystävällisesti.

10 Selluloosatehtaat ovat nykyisin pyrkineet eroon alkuaineekloorin ja myös osittain klooridioksidin käytöstä. Syinä ovat sekä ympäristönsuojelulliset seikat että markkinakijät. Alkuaineekloorista aiheutuvat haittoja ovat sekä selvästi havaittavat pahanhajuiset kaasumaiset päästöt että nestemäiset päästöt sellutehtailta vesistöihin. Nestemäinen klooridioksidei ei aiheuta hajuhaittoja samassa mittakaavassa, vaan sen haittavaikutukset kohdistuvat pääasiassa vesistöihin. Kuitenkin verrattaessa näitä kloorikemikaaleja niiden vesistöille aiheuttamaa kuormitusta kuvaavan AOX-luvun avulla on alkuaineeklori moninkertaisesti klooridicksidia haitallisempi kemikaali. Kloorin AOX-luku on luokkaa 4 - 7 ja klooridicksidin 1 - 1.5 tai jopa alle yhden.

15 20 25 Klooridioksidia käyttävät sekvenssit ovat kuitenkin edelleen suosittuja ja mahdollisia myös ympäristömielessä. Syitä siihen on monia. Klooridioksidei on muihin kemikaaleihin verrattuna hinnaltaan kilpailukykyinen. Myös dioksidivalkaisulla saatavan massan lujuus- ja vaaleusarvot ovat hyvät. Itse asiassa vähintään samaa luckaa kuin peroksidilla samalla kemikaalinkulutuksella (kg/admt).

30 35 Klooridioksidivalkaisu (D) on ennalta hyvin tunnettu ja yleisesti käytetty valkaisumenetelmä. Tavanomaisessa klooridioksidivalkaisussa käytetään yleensä lämpötilaa 50 -

80 °C ja klooridioksidia annostellaan noin 10 - 30 kg massatonna kohti. Käytettäviä sekvenssejä ovat mm. D<sub>0</sub>ED<sub>1</sub>ED<sub>2</sub> ja OD<sub>0</sub>ED<sub>1</sub>ED<sub>2</sub> sekä näiden erilaiset muunnelmat. D<sub>0</sub>-vaiheessa käsittelyaika on yleensä muita D-vaiheita lyhyempি, eli esimerkiksi 30 - 90 minuuttia. Massan pH laskee alueelle 1 - 3 D<sub>0</sub>-vaiheen lopussa. D<sub>1</sub>- ja D<sub>2</sub>-vaiheissa käsittelyaika on 2 - 3 h ja pH vähän D<sub>0</sub>-vaihetta korkeampi. Klooridioksidivaihe ajetaan yleensä lämpötilassa noin 70 °C käsittelyajan ollessa D<sub>0</sub>-vaiheessa 0.5 - 2 tuntia ja D<sub>1</sub>- ja D<sub>2</sub>-vaiheissa 2 - 3 h. Korkeampia lämpötiloja on varottu, koska D-vaiheen alhainen loppu-pH alueella 1 - 3 yhdistettyynä korkeaan lämpötilaan ja pitkään käsittelyaikaan vaurioittaa kuitujen lujuusominaisuukset.

15

Nykyisin klooridioksidivalkaisun rinnalle ovat tulleet kloorittomia kemikaaleja, kuten peroksidia ja otsonia, käyttävätkin valkaisuprosessit. Koska klooridioksidivalkaisutulla massalla on hyvät ominaisuudet, on tämän prosessin kehitystyötä jatkettu em. uusien prosessien lisäksi. Eräänä tärkeänä tavoitteena on vähentää valkaisussa tarvittavan klooridioksidin määriä ja näin tehdä menetelmä entistä ympäristöystävällisemmäksi.

25

Suomalaisessa patenttihakemuksessa 944808 ja WO-patentti-julkaisussa 96/12063 on esitetty massan happokäsittelymenetelmä, jonka avulla klooridioksidin kulutusta voidaan vähentää. Tässä käsittelyssä massasta poistetaan heksenuronihappoja, jotka voivat reagoida klooridioksidin kanssa ja siten lisäävät kemikaalin kulutusta. Hapot voidaan poistaa säätämällä massan pH-alueelle 2-5, edullisesti 2.5-4 ja massan lämpötila yli 80 °C, edullisesti 90-110 °C:een, joissa olosuhteissa massaa pidetään tyypillisesti 30-300 minuuttia. Käsittelyssä massan kappaluku alenee tyypillisesti 2-9 yksikköä.

30

35

3

Lehtipuumassan valkaisussa on klooridioksidin kulutus vähentynyt 30-40 %:lla vaaleustasolla ISO 88 %, kun valkaisusekvenssi on O-A-D-E-D. Havupuumassan kohdalla vastaava kulutus on vähentynyt 10-20 %:lla. Kummassakin tapauksessa saanto pysyi suunnilleen muuttumattomana verrattuna valkaisuun ilman A-vaihetta.

Esillä olevan keksinnön tarkoituksesta on tarjota vaihtoehtoinen menetelmä kuuman happovaiheen liittämiseksi klooridioksidia käyttäään valkaisusekvenssiin. Lisäksi keksinnön tarkoituksesta on tarjota menetelmä, jota voidaan taloudellisesti edullisella tavalla soveltaa erityisesti olemassaolevissa sellutehtaiden valkaisimoissa. Toisin sanoen keksinnön kohteena on sovittaa massan klooridioksidivalkaisu kokonaistaloudellisesti ja ympäristöystäväällisesti valkaisimoon.

Edellä mainittujen tarkoitusperien saavuttamiseksi on keksinnön mukaiselle menetelmälle ominaista, että klooridioksidikäsittelyssä olosuhteet ovat sellaiset, että massan sisältämät heksenuronihapporyhmät eivät reagoi klooridioksidin kanssa.

Yllä kuvattiin että massasta poistetaan heksenuronihapporyhmiä kuumalla happokäsittelyllä ennen klooridioksidikäsittelyä. Olemme nyt keksinnössämme havainneet, että  $\text{ClO}_2$ -käsittely voidaan sijoittaa valkaisusekvenssissä myös ennen kuumaa happokäsittelyä, kun massan heksenuronihapporyhmien ja klooridioksidin väliset reaktiot estetään. D-vaihe käsittää siis peräkkäisesti D- ja A-portaan. Keksinnön menetelmässä DA-vaiheen klooridioksidiporras tehdään niin, että loppu-pH on yli 4, edullisesti yli 5. Perinteisesti ensimmäisen tai toisen klooridioksidivalkaisuvaiheen loppu-pH on alle 4, tyypillisesti 1 - 3.5. On yllättäen todettu että heksenuronihapot eivät reagoi klooridioksidin kanssa pH-alueella yli 4 ja näin kemikaalia ei kulu reaktioihin klooridioksidin kanssa. Klooridioksidin

pelkistyy kloriitiksi, mutta se ei hajoa edelleen. Klooridioksidiannos tässä portaassa on edullisesti 0.1 - 1.5 % akt.Cl (1-15 kg akt.Cl/admt), edullisesti yli 0.5 - 10 % akt.Cl (5-10 kg akt.Cl/admt).

5

Happokäsittelyssä (A-porras) olosuhteet ovat tyypillisesti seuraavat:

- pH 2-5, edullisesti 2.5-4
- lämpötila yli 80 °C, edullisesti 90-110 °C
- aika 30-300 min, edullisesti ainakin t minuuttia,  $t = 0.5 \exp(10517/(T+273) - 24)$  ( $t = 0.5 e^{(10517/(T+273)) - 24}$ ), jossa T (°C) on happokäsittelyn lämpötila.

10 15 Keksinnön DA-vaiheen D-portaassa lämpötila on edullisesti yli 70 °C, edullisesti 80 - 100 °C, mikä on tavanomaista D-vaiheen lämpötilaa on korkeampi. D- ja A-portaiden lämpötila voi siis olla oleellisesti sama, jolloin massaa ei tarvitse huomattavasti jäähdyttää tai lämmittää portaiden välillä, mikä on energialoudellisesti edullinen ratkaisu. Keksintö ei ole kuitenkaan rajoitettu em. korkeaan lämpötilaan, vaan neutraali D-porras voidaan ajaa myös tavanomaisessa D-vaiheen lämpötilassa alle 70 °C.

20 25 Keksinnön D-portaassa käsittelyaika on edullisesti lyhyt, alle 10 minuuttia, edullisesti 30 sekuntia - 3 minuuttia. Perinteisesti klooridioksidi käsittelyn aika on yli 30 min, jopa 120 minuuttia lämpötilasta riippuen, minkä vuoksi käsittely on tehtävä omassa reaktorissa. Keksinnön mukainen DA-vaihe voidaan toteuttaa siten että happokäsittely tapahtuu reaktoritornissa, mutta A-porrasta edeltävä D-porras voidaan lyhyen viipyymäajan takia järjestää esimerkiksi A-tornin syöttölinjaan. Linjassa virtaava massa lämmitetään haluttuun lämpötilaan, esim. 90 °C, ja siihen sekoitetaan kemikaaleja, kuten klooridioksidia ja tarvittaessa pH:n säätöön alkalia tai hapoa. Näissä olosuhteissa massa virtaa halutun ajan esim. 1 minuutin,

jonka jälkeen siihen lisätään happoa ja se syötetään happotorniin.

5 Sijoittamalla klooridicksidikäsittely ennen happokäsittelyä pienenee hapon tarve A-portaassa, koska klooridioksidin reaktiot ligniinin kanssa tuottavat suolahappoa ja orgaanisia hoppoja sivutuotteena.

10 Keksinnön erään edullisen suoritusmuodon mukaiselle menetelmälle on ominaista, että keksinnön mukainen klooridioksidivaihe käsittää edellä kuvattujen D- ja A-portaiden lisäksi toisen D-portaan eli ko. vaihe käsittää ensimmäisen klooridioksidiportaan, kuuman happokäsittelyportaan ja toisen klooridioksidiportaan (DAD, merkitään myös D/A/D).  
15 Toinen D-porras suoritetaan happamissa olosuhteissa eli pH voi olla alle 2, mutta edullisesti 2-4. Nämä mitään olennaista pH:n säätöä A-portaan jälkeen ei tarvita. Myös lämpötilan säätöä ei välttämättä tarvita, vaan koko klooridioksidivaihe voidaan tehdä oleellisesti samassa lämpötilassa kuin A-porras eikä olennaisia lämpötilan muutoksia portaiden välillä tarvitse tehdä. Tämä helpottaa huomattavasti ko. vaiheen prosessiteknistä suoritusta.  
20

25 Myös toisen D-portaan käsittelyaika on edullisesti lyhyt, alle 10 minuuttia, edullisesti 1-5 minuuttia ja se voidaan toteuttaa esim. A-tornin poistolinjassa ennen DAD-vaihetta seuraavaa pesuria. Poistolinjassa virtaavaan massaan lisätään klooridioksidia ja tarvittaessa lämpötilaa ja pH:ta säädetään. Tarvittava klooridioksidannos on tyypillisesti 5 - 20 % akt. Cl (5 - 20 kg akt. Cl/admt). Happokäsittelyssä massasta poistetaan heksenuronihappoja, minkä vuoksi tarvittavan klooridioksidikemikaalin määrä on pienempi verrattuna massaan, josta heksenuronihappoja ei ole poistettu.  
30

35 Keksinnön tässä toteutusmuodossa DAD voidaan katsoa, että klooridioksidikäsittely on jaettu kahteen suhteellisen

lyhyeen osakäsittelyyn. Kumpikin vaihe voidaan ajaa korkeassa lämpötilassa, minkä vuoksi lämpötila ja käsittelyaika tulee sovittaa niin, että massan viskositeettitapiot ovat mahdollisimman pienet. Kahden osakäsittelyn vuoksi massan vaaleus saadaan tasaisemmaksi.

DA-vaihe voidaan toteuttaa myös niin, että A-portaan jälkeen seuraa massan kelatointikäsittely EDTA:lla, DTPA:lla tai vastaavalla yhdisteellä haitallisten metallien poistamiseksi eli tällöin vaihe on DAQ. Kelatointikäsittelyn yhdistäminen DA-vaiheeseen on edullinen varsinkin silloin, jos valkaisusekvenssissä myöhemmin seuraa valkaisu kemikaalilla, kuten peroksidilla, jota vaihetta raskasmetallit haittaavat. Q-portaassa voi olla oleellista sama lämpötila kuin edeltävissä D- ja A-portaassa. pH:n voi olla alueella noin 3-6.

Vaiheessa DA tarvittavan klooridioksidin kokonaismäärä ei ole suurempi kuin vaiheessa AD tarvittava määrä, vaikka ensimmäinen D-porras tehdäänkin ennen happokäsittelyä. Neutraali pH ensimmäisessä D-portaassa estää heksenuronihappojen ja klooridioksidin väliset reaktiot. Vaiheessa DA on saatu ainakin yhtä hyvä laatuista massaa kuin vaiheessa AD. DA-vaiheen tai useampiportaisen DAD-vaiheen etuna verrattuna AD-vaiheeseen on se, että DA- tai DAD-vaihe voidaan toteuttaa laitetekniseesti yksinkertaisemmassa tavalla, koska jokaiselle portaalle ei tarvita omaa tornia. Tosin keksintöä voidaan soveltaa myös sitten, että toinen tai molemmat D-portaat ajetaan omissa torneissa.

30 AD-vaiheen haittana saattaa olla hajukaasujen vapautuminen hoppoportaassa, jos massa sieältää vielä pesun jälkeen riittävässä määrin keitosta peräisin olevia rikkihdisteitä. Kun D-porras on ennen A-porrasta, hajukaasut hapettuvat valkaisukemikaalin vaikutuksena DA-vaiheen aikana.

Keksinnön mukaista ratkaisua voidaan soveltaa sulfaatti-prosessilla ja muilla alkalisilla menetelmillä valmisteille massoille, jotka sisältävät heksenuronihapporyhmää.

5 Keksinnön mukainen DA-vaihe voi olla valkaisusekvenssin alussa esim. happidelignifioinnin jälkeen tai myöhemmin sekvenssissä esim. peroksidivaiheen jälkeen. Siksi eksintöä sovelletaan edullisesti esim. seuraavien val-

10 kaisuosaekvenssien tai valkaisusekvenssien yhteydessä:

Keitto - O - DAD - E,

Keitto - O - DAD - E -  $D_N$  - D tai

Keitto - O - Q - OP - D/A/Q - PO, missä

- tarkoittaa pesua vaiheitten välillä,

15 O kuvaan ainakin happea käyttävästä delignifointivaihetta,

Q kelatoimalla suoritettavaa metallinpoistoa,

A kuumaa happokäsittelyä,

E alkalista vaihetta, ja

20 OP tai PO happy- ja/tai peroksidipohjaista valkaisuvaihetta, mahdollisesti ainakin osalta portaista paineistettuna, jossa O tarkoittaa happikemikaalia ja P peroksidia ja jossa ensimmäinen kirjain kussakin portaassa tarkoittaa pääasiallisesti vaikuttavaa valkaisukemikaalia ja mahdollinen toinen kirjain valkaisureaktiota tukevaa valkaisukemikaalia.

25 Seuraavassa keksinnön mukaista menetelmää selitetään yksityiskohtaisemmin viittaamalla oheiseen kuvioon, joka esittää erästä edullista laitteistoa erään keksinnön mukaisen menetelmän toteuttamiseksi. Massa käsittellään vaiheessa DAD.

30 Massa siirretään edeltävästä käsittelyvaiheesta 10 sakeamassapumpulla 12 happenoniin 18. Massan sakeus on 6-25 %, edullisesti 8-18 %. Edeltävä käsittelyvaihe voi olla 35 massan keittoa seuraava pesu tai tavallisimmin keittoa seuraava happidelignifointi tai sitä seuraava pesu.

Massaan lisätään tarvittaessa alkalia tai happoa massan alku-pH:n säätämiseksi klooridioksidikäsittelyä eli ensimmäistä D-porrasta varten siten, että loppu-pH on yli 4, edullisesti yli 5, klooridioksidin ja heksenuronihappojen välisten reaktioiden estämiseksi. Alkali ja klooridioksi voidaan lisätä suoraan pumppuun 12, injekoida pumpun 12 ja tornin väliseen putkeen 16 tai erityiseen, tarkoitusta varten järjestettyyn sekoittajaan 14. Klooridioksidia lisätään tyypillisesti 0.5-1.5 % akt. Cl.

10

Lämpötilan nostamiseksi tyypillisesti 80-100 °C:een massaan lisätään höyryä. Höyry voidaan lisätä ennen pumpua 12 höyrysekoittimessa (ei esitetty) tai sekoittaa pumpun 12 jälkeen putkessa 15. Vaihtoehtoisesti massa voidaan lämmittää myös epäsuoralla lämmityksellä putkessa 15.

15 Ensimmäinen D-porras tapahtuu siten happotornin syöttölin-  
jassa 15 massan virrateissa siellä. Käsittelyaika tässä portaassa on tyypillisesti 30 s- 3 min.

20 D-porrasta seuraa happokäsittely tornissa 18. Klooridiok-  
sidikäsittelyn jälkeen massan pH lasketaan happokäsittelyn vaatimaan arvoon 2-5 lisäämällä sekoittimessa 14 massaan hoppoa (rikkihappo, suolahappo, jätehappo tai jokin sopiva orgaaninen happo). Lämpötilaa voidaan myös tarvittaessa säätää, mutta keksinnön mukaisessa DAD-vaiheessa portaat suoritetaan edullisesti samassa lämpötilassa, esim. 95°C, jolloin oleellista lämpötilan säätöä portaiden välillä ei tarvita.

25 Massan syöttö ja virtaus happotorniin pyritään saamaan mahdollisimman tasaiseksi käyttämällä jakolaitetta 16 tai kaavaria. Mainittu jakolaite on kuvattu esimerkiksi US-patentissa 4,964,950 ja sen käytöä edellä kuvattuun tarkoitukseen on käsitelty FI-patentihakemussa 924805.

Laitteen 16 kautta voidaan haluttaessa (jos laite omalla riittävän tehokkaat sekoitusominaisuudet) lisätä happoa ja tätä on jopa mahdollista välttää laitteen 14 käyttö/hankinta. Laitteesta 16 massa virtaa reaktorisäiliöön 18, joka on mitoitettu happokäsittelyn vaatimalle käsittelyajalle, esim. 120 min 95 °C:ssa. Käytettäessä mainitun FI-hakemuksen mukaista jakavaa syöttölaitetta voidaan varmista, että torni täytyy joka osaltaan tasaisesti ja että massapilari tornissa kohoaa tasaisesti ylöspäin niin, että mitään haitallista kanavoitumista ei pääse syntymään. Vastaavasti tornin huippu on varustettu purkaimella 20 tai poistokaavarilla massan johtamiseksi tornin poistolinjaan 24.

Poistolinjassa 24 suoritetaan toinen D-porras massan valkaisemiseksi. Klooridioksidia voidaan lisätä massaan happotornin purkaimen 20 tai poistolinjan pumpun 22 kautta. Linjaan 24 voidaan järjestää myös erillinen sekoitin (ei esitetty) kemikaalin lisäystä varten, joka on noin 5 - 20 % akt. Cl.

Valkaisukemikaalin lisäys massaan sovitetaan niin että saavutetaan sopiva käsittelyaika D-portaan suorittamiseksi poistolinjassa 24 ennen pesuria 26. Viipymääika on alle 10 minuuttia, edullisesti 1-5 minuuttia. Tämän D-portaan käsittelylämpötila on edullisesti sama kuin aikaisemmissa D- ja A-portaissa, jolloin nytkään ei tarvita olennaista lämpötilan säätöä A-portaan jälkeen. Tarvittaessa massaan voidaan lämmittää tai jäähdyttää lämmönsiirtimessä tai suoralla höyryyn syötöllä. Tavanomaista korkeampi lämpötila on kuitenkin edellytys että riittävä valkaisuvauikutus saadaan aikaan em. lyhyen käsittelyajan aikana.

Toisen D-portaan pH on alhaisempi kuin ensimmäisessä D-portaassa. Tyypillisesti pH on noin 2-4, minkä vuoksi pH:n säätöä A-portaan jälkeen ei normaalisti tarvita. Tarvitta-

10

essa pH:ta säätävä kemikaali voidaan lisätä samassa vaiheessa kuin klooridioksidi.

5 Edellä kuvatulla tavalla massa on valkaistu vaiheessa DAD, minkä jälkeen massa käsitellään pesurissa 26 ja johdetaan jatkokäsittelyyn. Tyypillisesti seuraava vaihe on E-vaihe.

Esimerkki:

10 Laboratoriossa tutkittiin happivalkaistua massaa, jonka kappaluku oli 11,9, viskositeetti 1061 ml/g ja ISO-vaaleus 49,2 %. Massa käsiteltiin seuraavilla sekvensseillä:

1. DAD - E<sub>O</sub> - D<sub>N</sub> - D

15 D: - ClO<sub>2</sub> -annos akt. Cl:na 1,0 %  
- aika 1 min  
- lopput-pH 5,3  
- lämpötila 95 °C

A: - aika 180 min  
- pH 3,5  
20 - lämpötila 95 °C

D: - ClO<sub>2</sub> -annos akt. Cl:na 1,25 %  
- aika 2 min  
- lopput-pH 2,5  
- lämpötila 95 °C

25 E<sub>O</sub>: - 85 °C, 60 min, 1,25 % NaOH, O<sub>2</sub> 4 bar, lopput-pH 11,7  
- kappaluku käsitelyn jälkeen 2,3  
- viskositeetti käsitelyn jälkeen 890 mg/l  
- vaaleus käsitelyn jälkeen 70,2 % ISO.

D<sub>N</sub>: - 75 °C, 180 min, 1,8 % ClO<sub>2</sub> akt.Cl:na, 0,3 % NaOH, lopput-pH 3,3  
- N pH:n säätö 8,3

D: - 75 °C, 180 min, 0,8 % ClO<sub>2</sub> akt.Cl:na, 0,1 % NaOH,  
lopput-pH 5,1

35 Valkaistu massa: viskositeetti 868 ml/g  
vaaleus 89,9 % ISO

Toisessa kokeessa samaa massaa käsiteltiin

2. AD - E<sub>O</sub> - D<sub>N</sub> - D

40 A: - aika 180 min  
- pH 3,5  
- lämpötila 95 °C

11

D: -  $\text{ClO}_2$  -annos akt. Cl:na 2,25 %  
- aika 1 min  
- loppu-pH 2,1  
- lämpötila 95 °C

5 E<sub>o</sub>: - 85 °C, 60 min, 1,25 % NaOH, O<sub>2</sub> 4 bar, loppu-pH 11,6  
- kappaluku käsitellyn jälkeen 2,7  
- viskositeetti käsitellyn jälkeen 890 mg/l  
- vaaleus käsitellyn jälkeen 69,4 % ISO.

10 D<sub>N</sub>: - 75 °C, 180 min, 1,8 %  $\text{ClO}_2$  akt.Cl:na, 0,3 % NaOH, loppu-pH 3,4  
- N pH:n säätö 8,3

D: - 75 °C, 180 min, 0,8 %  $\text{ClO}_2$  akt.Cl:na, 0,1 % NaOH,  
loppu-pH 5,1

15 Valkaistu massa: viskositeetti 866 ml/g  
vaaleus 89,9 % ISO.

20 Kokeen perusteella voidaan todeta että keksinnön mukaisella  
vaiheella DA ja vaiheella AD saadaan samanlaatuista  
massaa. Toteuttamalla klooridioksidi- ja happokäsittely  
keksinnön mukaisella tavalla voidaan saavuttaa joitain  
edellä kuvattuja käytännön etuja.

25 Vaikka keksintöä on tässä esitetty ja kuvattu nykytiedon  
mukaan käytännöllisimmän ja edullisimman suoritusmuodon  
mukaan, alan ammattimiehille on selvää, että monia muun-  
nelmia voidaan tehdä keksinnön suoja- ja suojapäällysteissä, jolle suo-  
japäällylle tulee antaa oheisten patenttivaatimusten mu-  
kainen laajin mahdollinen tulkinta, jotta se käsitteää  
kaikki vastaavat menetelmät.

12

13

## Patenttivaatimuksset:

1. Menetelmä massan käsittelemiseksi kemiallisen massan alkalisen valmistusprosessin yhteydessä, jossa massa käsitellään klooridioksidivaiheessa, johon kuuluu happokäsittely pH:ssa 2-5 ja yli 80 °C:ssa, tunnettu siitä, että klooridioksidikäsittelyssä olosuhteet ovat sellaiset, että massan sisältämät heksenuronihapporyhmät eivät reagoi klooridioksidin kanssa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidivaiheeseen kuuluu peräkkäisesti ainakin klooridioksidiporras ja happokäsittelyporras.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidiportaan pH:ta säädetään niin, että portaan lopullinen pH on yli 4.
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidiportaan pH:ta säädetään niin, että portaan lopullinen pH on yli 5.
5. Jonkin patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidiportaassa lämpötila on yli 70 °C.
6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidiportaassa lämpötila on 80-100 °C.
7. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidiportaassa käsitellyaika on alle 10 min, edullisesti 30s - 3 min.
8. Jonkin edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidivaiheeseen

13

kuuluu ensimmäisen klooridioksidiportaan lisäksi toinen klooridioksidiporras, joka on happokäsittelyportaan jälkeen.

5        9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että ensimmäisen klooridioksidiportaan, happokäsittelyportaan ja toisen klooridioksidiportaan käsitteylämpötila on oleellisesti sama.

10      10. Jonkin patenttivaatimuksen 1-6 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että klooridioksidivaiheeseen kuuluu klooridioksidiportaan ja happokäsittelyportaan jälkeen käsitteily kelaatinmuodostajalla.

24

^4

## (57) Tiivistelmä

Esillä oleva keksintö koskee menetelmää massan käsittelyseksi kemiallisen massan alkalisen valmistusprosessin yhteydessä. Massa käsitetään klooridioksidivaiheessa, johon kuuluu peräkkäisesti edullisesti klooridioksidiporras ja happokäsittelyporras pH:ssa 2-5 ja yli 80 °C:ssa. Klooridioksidiportaassa olosuhteet ovat sellaiset, että massan sisältämät heksenuronihapporyhmät eivät reagoi klooridioksidin kanssa.

L5

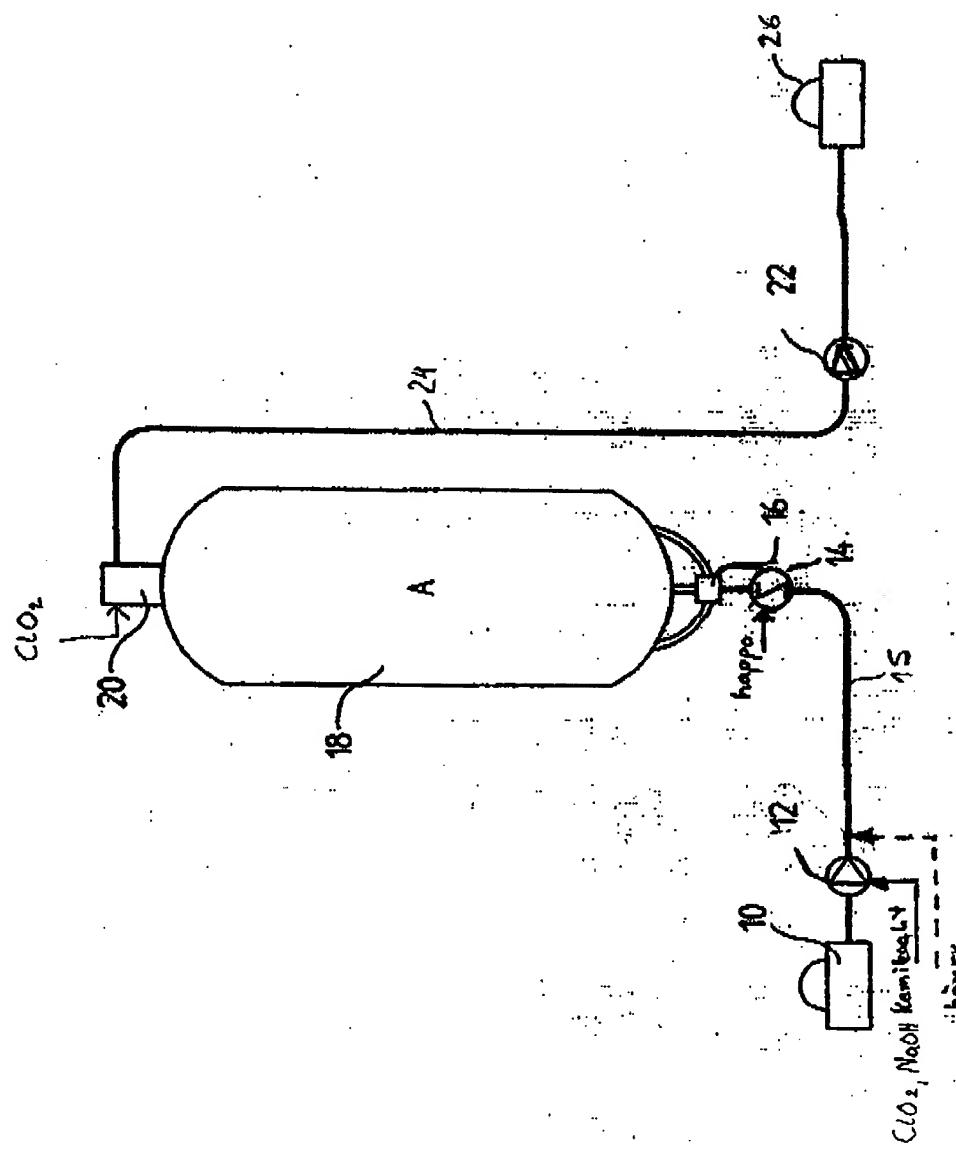


FIG.